技術賞受賞講演

赤外分析用 KBr 錠剤成型器の改良とアクセサリーの製作

- I -

所　属：分析測定室(1)、研究支援室(2)
氏　名：○大濱光央(1)、坂本道夫(2)、櫻井太郎(2)
e-mail：ohama@tech.sci.osaka-u.ac.jp

1.　はじめに

IR・ラマン室では 40 年以上前より 13mmφの KBr 錠剤を錠剤成型器により作製し、赤外吸収スペクトルを測定してきた。しかし、良好な KBr 錠剤を作製するのは熟練を要する作業であり、13mmφの錠剤は破損しやすく、取り扱いに慎重を要した。また、これまでは KBr200mg、試料約 2mg が必要であったが最近の赤外分光装置 FTIR は性能が向上したため、以前の分散型赤外分光器のように大きな口径の錠剤を必要としなくなっている。この FTIR の性能の向上に伴い、より少ない試料量で簡便にできるサンプリング手法の開発が課題であった。当室では鉛の板を使って 3~5mmφの錠剤を成型する手法が既にあったが、錠剤に曇が生じやすい、鉛の使用は健康と環境への配慮からできるだけ避けたい、という問題点があった。そこで 2007 年秋よりこの錠剤成型器の改良に取り組むことにした。また、当室に赤外分析以外の錠剤を作製するために来る研究者も多く、簡単に錠剤が作成できる方法を構築することも課題であった。

2.　市販の錠剤成型器について

まず初めにメーカーからカタログを取り寄せ、また他の化学系研究室で使用しているものを調査した。その結果、市販品はいずれも 1~5mmφの錠剤をドーナツ型の金属板の中心に成型し、金属板ごと適当なホルダーに入れて測定するものが多いことが分かった。しかし、従来のものには次のような欠点がある。

1) 真空引きを想定していないものが多い。
2) KBr により金属板が大変錆び易い。
3) シリコンラバーを用いるものは金属板の取り外し中にラバーが破損しやすい。
4) 成型器が不安定で KBr 粉末がこぼれやすい。

以上の欠点を改善するために錠剤成型器の改良とアクセサリーの製作を行った。

3.　錠剤成型器の改良とアクセサリーの製作

今回製作した錠剤成型器について説明する。

3.1　錠剤成型用金属板

図 1 の様な金属板 A、B、C が市販されているものと同様のものである。C に B をはめ穴に試料を入れ、A で抑え錠剤を作製し、B を市販のホルダーにセットして測定する。（ここではA､Cを凸板､Bを成型板と呼ぶ）試料部は5mmφである｡KBr20~30mg､試料も0.2~0.3mg

と 13mmφの 10 分の 1 でよい。錠剤が成型板の中に固定されているため破損しにくく、扱いやすい。しかし、市販の金属板はスチールの焼入れでできており、KBr を使用すると大変錆びやすく、メンテナンスが大変である。そこで、同じ形状のものを錆びにくいステンレスで製作した。最初にステンレス SUS304 を使った。加圧するのが約 1MPa（成型部は約 40 MPa）であり、圧力に耐えることを期待したが、歪んでしまった。そこで、凸板を圧力に耐えうるように焼入れを施すことにした。(焼入れに関しては研究支援室では実績が無く、また、リノベーションセンターでも行っていない。）焼入れ可能なステンレス SUS420J2 を購入し、製作した。その結果、凸板は十分圧力に耐え、錆び易さのテストに於いても実用上問題ないことが判明した。ステンレスの焼入れや錆びテストは II で坂本が報告する。

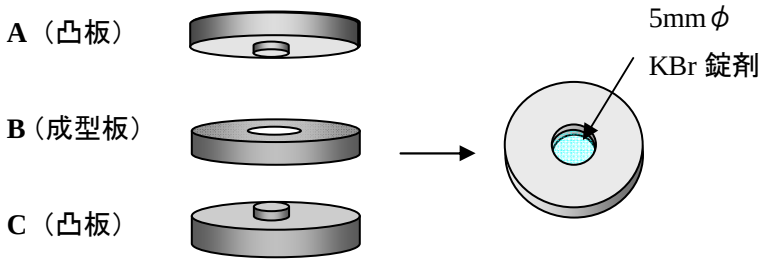


図 1

3.2　真空引きアクセサリー

図 2 の様な真空引きアクセサリーを製作した。錠剤成型器を真空にするアクセサリーを販売しているメーカーもあるが、不安定であったり試料がこぼれやすいものであったり、使い勝手の良いものではない。今回製作したものは安定した使いやすいものである。錠剤成型は真空にしないでも使用することが可能である。しかし、真空にすることにより失透することなく、時間が経過してもベースラインが変動せず良好なスペクトルが得られる。また、真空にすることにより空気中で不安定な試料に対応しやすい。

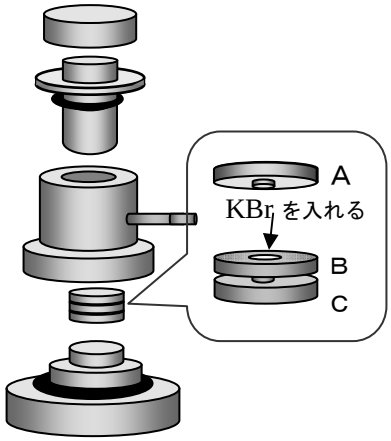


図 2

3.3　金属板分離アクセサリー

プレス後 A、B、C 3 枚の金属板を分離するのに便利な図 3 の様な保持金具とくさび型アクセサリーを製作した。このようなものは市販されていない。いずれも金属板を傷つけないようにアルミニウム、真鍮を材料にした。製作過程等に関しては III で櫻井が報告する。

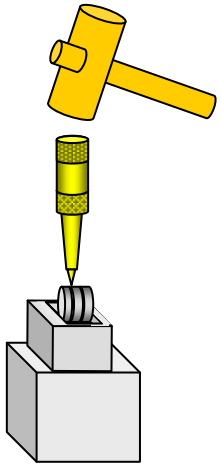


図 3

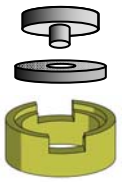


図 4

3.4　成型板から錠剤を取り出すアクセサリー

一般に錠剤を金属板から取り出すアクセサリーをメーカーは製品化していない。メーカーはピンセットやドライバーで取り出すことを想定している。そこで図 4 のようなアクセサリーを製作した。これにより KBr 錠剤を破損せずに取り出すことができ、保存も可能である。そのため赤外分析用以外の錠剤成型も可能になった。製作過程等に関しては III で報告する。

4.　今回製作した錠剤成型器とアクセサリーの製作により改善された点

今回の製作により、以前の 13mmφの錠剤と比較して次のような点が改善された。

1) 試料 KBr とも約 10 分の 1 の量で測定が可能となった。
2) 少量の KBr のため混合が短時間で済み、KBr が吸収する空気中の水分を最小限に抑えられる。
3) 真空引きが可能なため錠剤を長時間保存しても失透しない（ベースラインを低く抑えられる）。また、空気に不安定な試料に対応しやすい。
4) 真空引きアクセサリーはがっちりと安定して、使いやすい。
5) 錠剤が金属板にはまった形なので、成型時に錠剤が破損することも無い。また扱いやすく、万一落としても破損しない。
6) 加圧後の３種の金属板の分離はくさび型アクセサリーの使用によって容易になった。
7) 破損し易いシリコンラバーなどの消耗品を使わなくて良い。
8) 錠剤が金属板より破損無く取り出せるので、錠剤の保存が可能になった。赤外分析以外の用途にも役立てるようになった。
9) 金属板を交換するだけで 5 ㎜φ以外の任意の大きさの錠剤も可能であり、もっと少量の試料の測定にも適用できるようになった。
10) 金属板だけでも購入すれば 1 点 1 万円である。自作により材料費だけで 200 円程度である。錠剤成型器 1 セット 2 万円程度で製作が可能で経済的である。

以上が改善された結果である。

5.　錠剤成型器の評価

5.1　学生実験指導者の感想

今回製作した錠剤成型器について 1 回生の化学実験のティーチングアシスタントで赤外吸収スペクトル測定の指導を行っている荒川氏に実際に使用したうえで感想をいただいた。以下に抜粋する。

いままでの錠剤成型器は問題点があり、良好なスペクトルを得る上での障害となっていた。改良された赤外分析用 KBr 錠剤成形器とアクセサリーを用いた錠剤成型方法はそれらの問題点を全て解決できるものである。

先ず錠剤の透明度が高く、ベースラインが常に低く抑えたスペクトルを得ることができる。失敗することなくきれいな錠剤をつくることができる。

また、プレス後の 3 枚の金属板の分離も簡単である。

測定した後、錠剤を成型板からとりだす際は KBr 錠剤を破損せず、簡単にきれいに取り出すことができる。

今回改良された KBr 錠剤成型器と、新たに作られたアクセサリーを用いて実験したが、使い易く、大変有用であると強く感じた。

5.2　平成 20 年度機器･分析技術研究会で報告

平成 20 年 9 月に愛媛で開催された機器・分析技術研究会で錠剤成型器を技術発表した。

その後他大学の技術職員より次のようなメールをいただいた。何れも良い評価を得た。
==========
「赤外用の錠剤成型器は、すぐにさびてしまうので管理に気を使っています。考えてみれば、ただの金属の枠なので、同じようなものを作成できれば、純正の高いものを買わなくても済むわけですね。
私どもの大学でも金属工作を行ってくれる機械工場がありますので、今度相談に行こうと思っています。」宇都宮大学
==========
「日頃使っている道具や分析方法などに「もっと良い物、良いやり方がないか？」
と考え続けることが大事だと痛感し、とても勉強になりました。」琉球大学
==========
「熊本大学でも「工作依頼」というものがあるそうなので、まずいただいた設計図をもとに相談にいこうと思っています。」熊本大学
==========

6. おわりに

この錠剤成型器によって赤外スペクトルを測定する研究者に安価で使いやすい錠剤成型器を供することが出来るようになった。また、今回の製作は赤外分析以外の錠剤の成型をも念頭において製作した。現に蛍光エックス線の測定のための錠剤や高分子の強度測定のための錠剤など、3 種の金属板を交換するだけで錠剤を作製できるようになった。

また、今回は研究支援室と分析測定室が協力しての取り組みである。研究支援室では今までに行わなかった金属の焼入れも行った。この経験により研究室からの新たな要望にもこたえられる体制が整った。今後、錠剤成型器を必要な研究室に供給していく予定である。

7. 謝辞

最後となりましたが、今回の錠剤成型器を技術賞に推薦いただいた高分子科学専攻准教授の金子文俊先生、感想をいただいた高分子科学専攻荒川翔太氏、技術賞専攻委員の先生方にお礼申し上げます。

8. 参考文献

[1] 実験科学講座、続第 10 巻、「赤外吸収スペクトル」、丸善、1964

[2] 分光器メーカーのカタログ、取扱説明書など

技術賞受賞講演

赤外分析用 KBr 錠剤成型器の改良とアクセサリーの製作

- II -

所属：分析測定室(1)、研究支援室(2)
氏名：大濱光央(1)、○坂本道夫(2)、櫻井太郎(2)
e-mail：sakamoto@tech.sci.osaka-u.ac.jp

1. はじめに

成型器用金属板、及び真空引きアクセサリーは、KBr を使用して成型するため錆びやすく、また、耐圧性も要求されることから、製作材料としてはステンレスを使用することにした。特に成型用金属板は、マルテンサイト系ステンレスを使用し、強度を増すことにした。

2. ステンレス

ステンレスは、鉄にクロムやニッケルなどを混ぜて作られた合金で、クロムの含有量が約11%以上ある物がステンレスと呼ばれており、このクロム成分によって、表面に酸化被膜（不動態被膜）が生成され、錆びにくい金属（錆びないのではない）になる。一般的に、ステンレスは非磁性と思われているが、非磁性の物と磁性がある物もあり、400 番台のステンレスは磁性があり、300 番台のステンレスは非磁性である。ただ、非磁性のステンレスでも、激しい曲げなどの加工によっては磁性を帯びることがある。ステンレスの分類は、その金属組織によって以下のような 5 種類に分けられており、100 番台の数字で表されている。

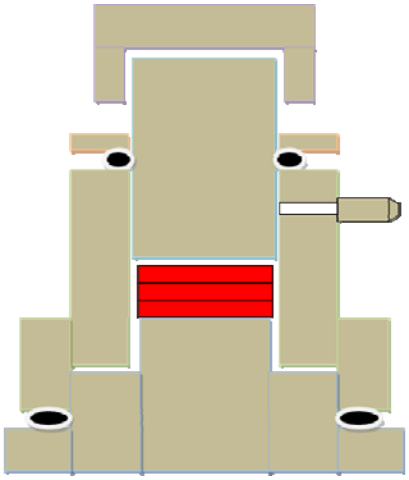
・マルテンサイト系ステンレス鋼
　（SUS403　SUS420）
・フェライト系ステンレス鋼
　（SUS430　SUS444）
・オーステナイト系ステンレス鋼
　（SUS304　SUS316）
・オーステナイト・フェライト系ステンレス鋼
　（SUS329J1）
・析出硬化系ステンレス鋼
　（SUS630　SUS631）

2.1 SUS420J2

最初は、真空引きアクセサリー（図 1, 2）と金属板（図 3）すべてを、一般に用いられる SUS304 で製作してみたが、凸板は錠剤成型時の圧力に耐えられず、凸部分に変形が見られた。そこで凸板は強度を増すために、焼入れが可能な SUS420J2 を使用することにした。その他のステンレス部品は SUS304 で問題がなかった。

ステンレスの中では、SUS420J2 は焼入れができるという点が最大の特徴で、炭素含有量が多く、焼戻しの調節により幅広い機械的特性を得ることができる。また、他の焼入れが可能なステンレスに比べて手に入りやすいが、磁性があり、ステンレスの中では錆びやすい欠点もある。

真空引きアクセサリー（組立）

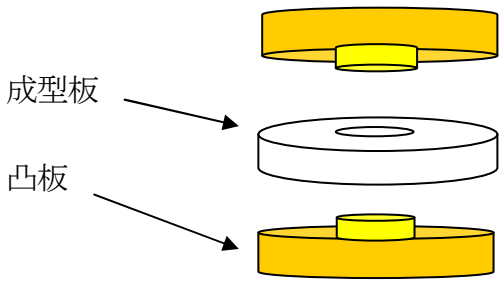


（図１）

真空引きアクセサリー（部品）

（図 2）

金属板（凸板・成型板）



（図 3）

2.2　SUS420J2 の焼入れ

焼入れは、硬さを増大させる目的で、常温からある温度以上に加熱して、水や油中で急冷し硬化させる。焼入れによって靭性が低下するため、焼入れ後に焼戻しを行うのが一般的である。

ステンレスにかかわらず、焼入れは炭素やマンガン、クロムなどの焼入れ性を良くするための合金成分が必要であり、純鉄や低炭素鋼のステンレスでは焼入れはできない。(ちなみにステンレスの炭素含有量は SUS304=0.08%以下　SUS420J2=0.26～0.40%である)

SUS420J2 は、1000～1050℃が最も硬度が得られるとのことであったので、バーナーを使用して目的の温度まで上げてから水中で急冷を行った。

3.　金属板錆びテスト

2.1 で述べたように、SUS420J2 はステンレスの中では錆びやすい特性がある。そこで、円板の中心部に KBr 粉末を乗せて、その上に水滴を落とし 4 時間後の変化をテストした所、SUS304 は変化が見られず、SUS420J2 は表面が少し変色した程度、市販の金属板は錆が浮き上がった結果になった。(図 4)

左　：ステンレス SUS304

中央：ステンレス SUS420J2 焼入れ済み

右　：市販の金属板

(図 4)

4.　結果

結果として、耐圧性が要求される所は SUS420J2 を使用し、焼入れすることにより必要な強度が得られた。耐食性に関しても SUS304 は勿論のこと、SUS420J2 でも使用に耐えることが分かった。また、価格的にも安価に製作できた。

技術賞受賞講演

赤外分析用 KBr 錠剤成型器の改良とアクセサリーの製作

- III -

所属：分析測定室(1)、研究支援室(2)
氏名：大濱光央(1)、坂本道夫(2)、○櫻井太郎(2)
e-mail : sakurai@tech.sci.osaka-u.ac.jp

1.　金属板分離アクセサリーについて

プレス後の 3 枚の金属板を分離するために必要となる、図 1 に示す保持金具とくさび型アクセサリーを製作した。保持金具の材質は切削のし易さや強度などを考えてアルミニウム合金 A5052S とした。

図 2 のように､溝を切った台座部分 A と、真ん中を円弧状に削った部分 B を分けて製作し、それをはめ込んで製作した。

B はまず四角いブロックをフライス盤で作り、その後、旋盤に 4 つ爪チャックで固定し、真ん中の穴をあけ、それを二つ割りにした。

A の溝の幅と B の厚みはほぼ同じ（誤差 0.05mm 程度）にして、ハンマーで叩いて入れるようにした（はめあい)。一度はまってしまえば、多少の衝撃では外れる事は無い。

保持金具は上に乗せた金属円盤を回し易いように角に丸みをつけ、使いながら何度か改良して、最終的に 5R 程度になった。

くさび型アクセサリーは金属製円盤に傷を付けないように、真鍮製とした。持ち易いように柄の部分にはローレット加工を施した。

図 1
左：保持金具、 右：くさび型アクセサリー

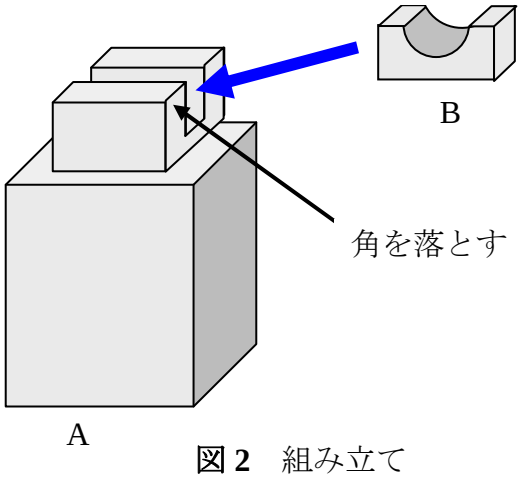


図 2　組み立て

2.　成型板から錠剤を取り出すアクセサリー

成型済みの錠剤を成型板から取り出すためのアクセサリーを製作した。台は真鍮製で、この上に成型板を載せ、芯押し金具を入れてプレス機で押すと真ん中の錠剤のみを取り出す事が出来る。芯押し金具は耐久性と錆びにくさを考えて、ステンレススチール SUS304 とした。

図 3　錠剤取り出しアクセサリー